

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication : **2 620 118**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **87 12258**

(51) Int Cl<sup>a</sup> : C 05 B 1/00.

(12)

## BREVET D'INVENTION

B1

(54) PROCEDE DE FABRICATION D'ENGRAIS PHOSPHATES ET PRODUITS OBTENUS

(22) Date de dépôt : 03.09.87.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public  
de la demande : 10.03.89 Bulletin 89/10.

(45) Date de la mise à disposition du public du  
brevet d'invention : 21.12.90 Bulletin 90/51.

(56) Liste des documents cités dans le rapport  
de recherche :

*Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

(71) Demandeur(s) : CENTRE DE COOPERATION  
INTERNATIONALE EN RECHERCHE AGRO-  
NOMIQUE POUR LE DEVELOPPEMENT  
C.I.R.A.D. ET TIMAC, société anonyme. -FR.

(72) Inventeur(s) : CHRISTIAN FAYARD - BINH  
TRUONG

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : CABINET HARLE ET PHELIP

FR 2 620 118 - B1



La présente invention appartient au domaine des engrais. Elle a plus particulièrement pour objet un procédé de fabrication d'engrais phosphatés économiques sous forme solide.

Dans le domaine de la fabrication des engrais phosphatés, les attaques complètes des phosphates par des acides minéraux sont bien connues depuis longtemps dans la technique antérieure. Elles permettent la fabrication de divers composés phosphatés plus ou moins solubles, constitués essentiellement de phosphates mono- et bicalciques. Ces fabrications exigent toutefois la mise en oeuvre de techniques qui, si elles ne sont pas très compliquées, sont parfois délicates de mise en oeuvre et coûteuses. Cette mise en oeuvre amène de plus des contraintes de qualité pour les phosphates utilisés. Parmi ces contraintes, on peut citer la réactivité du phosphate, et aussi par exemple un rapport phosphore sur calcium faible, amenant une consommation trop importante de l'élément attaquant, produit généralement cher. Par ailleurs la présence de magnésium a pour conséquence l'apparition de composés magnésiens très collants, qui gênent considérablement la fabrication du produit et amènent des problèmes technologiques. On peut constater aussi, au cours des réactions d'attaque, le dégagement de composés gazeux corrosifs comme les dérivés fluorés qui doivent être éliminés par lavage et neutralisation. Dans le même ordre d'idée, on peut aussi citer les problèmes générés par la présence de chlorures dans le phosphate de départ. Il convient aussi de rappeler que la présence d'oxydes de fer et d'aluminium a pour conséquence l'apparition de formes phosphatées peu intéressantes, car difficilement assimilées par les plantes et même parfois nuisibles (blocage du  $P_2O_5$ ).

Pour pallier certains de ces inconvénients et aussi pour obtenir des produits plus économiques, il a été mis en oeuvre des procédés d'attaque partielle, c'est-à-dire des attaques réalisées par utilisation d'une partie seulement de

l'agent attaquant nécessaire pour l'attaque totale. Les produits obtenus ont en général une efficacité agronomique moindre que les produits d'attaque totale, et même dans certains cas ils peuvent être moins efficaces que les phosphates de départ employés en application directe. De plus on a pu constater que, lorsque ceux-ci avaient été granulés, il existait des problèmes de délitement des granules formés. On a pu aussi noter que si les contraintes imposées au phosphate de départ étaient moindres, elles continuaient cependant à exister.

Un objet de la présente invention est de réaliser un procédé permettant de préparer des engrais phosphatés de façon beaucoup plus économique, tout en obviant aux inconvénients précités de la technique antérieure.

Un autre objet de l'invention est de réaliser un procédé de préparation d'engrais phosphatés à partir de produits qu'on peut facilement se procurer dans le commerce, qui peuvent être stockés et transportés sans grandes difficultés et en mettant en oeuvre une quantité d'acide réactif considérablement réduite.

L'invention a donc pour objet un procédé de fabrication d'engrais phosphatés, caractérisé en ce qu'on fait réagir un composé ammonio-phosphaté avec de l'acide sulfurique en présence d'eau, obtenant ainsi un mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique, qu'on fait réagir dans un deuxième stade avec du phosphate.

Dans le premier stade du procédé, on réalise une attaque sulfurique d'un composé ammonio-phosphaté, cette expression désignant un phosphate mono-ammonique ( $P/N=1$ ), un phosphate di-ammonique ( $P/N=2$ ) ou des mélanges de ces phosphates correspondant à des rapports  $P/N$  quelconques compris entre 1 et 2. Dans une telle réaction, on utilise le plus avantageusement l'acide sulfurique et celui-ci peut directement être mis en oeuvre sous forme concentrée. En effet l'un des avantages constatés au cours du premier stade est que

l'acide sulfurique n'a pas besoin d'être dilué avant emploi, l'échauffement observé au cours du mélange étant peu élevé. Mais, en variante, il serait également possible d'utiliser pour l'attaque acide du premier stade, un mélange d'un sulfate minéral et d'un acide, donnant naissance à l'acide sulfurique, par exemple un mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique. On préfère cependant utiliser directement de l'acide sulfurique concentré.

On notera que, ainsi qu'on l'a mentionné précédemment, le premier stade de la réaction est mis en oeuvre en solution ou en suspension aqueuse, la présence d'eau étant nécessaire pour obtenir sous forme liquide le mélange utilisé pour l'attaque du phosphate.

Dans le deuxième stade de la réaction, on utilise directement le mélange obtenu lors du premier stade, à savoir un mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique, que l'on fait réagir avec du phosphate. Ainsi qu'il est usuel dans ce genre de technique, le phosphate peut être préalablement broyé, si nécessaire, l'intensité du broyage étant fonction de la réactivité du phosphate de départ. Selon un avantage très important du procédé de l'invention, celui-ci peut être mis en oeuvre avec n'importe quel minéral phosphaté, y compris les phosphates du TOGO et les phosphates tendres, du type disponible en Afrique du Nord, et d'une manière générale tous les phosphates contenant  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  et de ce fait peu concentrés en phosphore et classés inutilisables pour la fabrication des engrais.

Le procédé de l'invention peut donc être utilisé avec n'importe quel phosphate naturel. Dans la technique antérieure, certains phosphates étaient réputés au contraire inutilisables pour la fabrication des engrais. Ainsi, le phosphate du Burkina Faso, du genre mis en oeuvre dans l'exemple 1 ci-après, avait conduit jusqu'à présent à des échecs pour la fabrication des engrais. Cette constatation se trouve mentionnée dans certains rapports d'études, acces-

sibles au public et, entre autres:

- le rapport de la société française CDF-INGENERIE et du BUREAU VOLTAIQUE DE GEOLOGIE ET DES MINES (BUVOGEMI) de Janvier 1980 intitulé "Etude des gisements de phosphates du Sud-Est Voltaïque - Rapport de campagne 1978-1979 (19 pages).

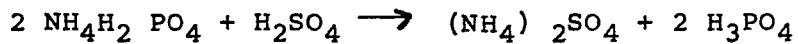
- le document de l'IFDC (INTERNATIONAL FERTILIZER DEVELOPMENT CENTER) 1980, Rock phosphate utilization in Upper Volta, Final Report for GTZ, Août 1980 (83 pages, plus annexes).

On notera aussi que le procédé de l'invention est particulièrement simple à mettre en oeuvre car il permet de traiter directement le phosphate naturel. Dans certains cas, en particulier lorsque le phosphate contient du magnésium, on était obligé, dans la technique antérieure, d'éliminer d'abord les constituants secondaires gênants, tels que le magnésium, pour pouvoir appliquer le procédé, ce qui introduisait bien évidemment des coûts complémentaires, d'autant que, parfois, le magnésium étant un constituant désirable dans les engrais, il était nécessaire de rajouter du magnésium à la formulation d'engrais, après la fabrication de celui-ci, ce qui introduisait encore une étape supplémentaire.

Par ailleurs, on a constaté, ce qui constitue un avantage supplémentaire de l'invention, que les dégagements gazeux fluorés étaient beaucoup plus faibles que dans les procédés de l'art antérieur.

L'originalité du procédé de l'invention est qu'il permet d'obtenir un produit agronomiquement utilisable, et ce en partant de n'importe quel phosphate naturel. Selon une caractéristique de l'invention, il est avantageux que, dans le premier stade du procédé, les produits de réaction conduisant au mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique soient mis en oeuvre en proportions voisines des proportions stoechiométriques calculées, soit à partir de la teneur en azote, soit à partir de la teneur en  $P_2O_5$ . Par

exemple, si on utilise du phosphate mono-ammonique, la quantité d'acide sulfurique à mettre en oeuvre sera au moins égale à celle permettant de satisfaire l'équation chimique:



Bien entendu la quantité d'acide sulfurique à mettre en oeuvre sera ajustée dans chaque cas selon la composition particulière du composé ammonio-phosphaté de la première étape.

Dans une variante, si l'on désire enrichir en soufre l'engrais obtenu, on peut ajouter au réactif d'attaque de la première étape, du soufre finement broyé ou du soufre fondu, l'ensemble étant brassé énergiquement avant sa réaction avec le phosphate.

Le procédé de l'invention permet d'obtenir un engrais phosphaté que l'on peut considérer comme un phosphate partiellement solubilisé, contenant de l'azote et du soufre. En effet les constituants de départ apportent ces trois constituants: N, P, S. Dans les produits obtenus, les proportions relatives dépendent de la nature des matières premières traitées. D'une manière générale, l'invention concerne des phosphates partiellement solubilisés, renfermant de l'azote et du soufre et correspondant à la formule générale

$$0,5 < \text{N} < 2,5$$

$$20 < \text{P}_2\text{O}_5 < 36$$

$$1,5 < \text{S} < 6$$

Les teneurs en soufre correspondant aux valeurs supérieures de la fourchette indiquée ci-dessus sont en général obtenues par une addition de soufre au cours du premier stade du procédé, ainsi qu'on l'a mentionné précédemment. Cette addition de soufre peut être bénéfique car elle augmente l'efficacité agronomique du produit final, grâce à la présence de soufre à libération lente, avec accélération de la solubilisation par les oxydes de soufre formés par oxydation lente du soufre dans le sol. De telles

données concernant l'utilisation de soufre dans les engrais phosphatés sont connues de l'homme du métier et n'ont donc pas besoin d'être développées plus en détail.

Les essais réalisés avec des engrais selon l'in-  
5 vention ont montré qu'ils procuraient d'incontestables ef-  
fets de fertilisation, même avec des phosphates naturels ré-  
putés inutilisables. Par ailleurs, l'homme du métier sait  
qu'une attaque sulfurique classique de certains phosphates ne  
fournissait pas des engrais intéressants au plan  
10 agronomique. Bien entendu la composition de l'engrais devra  
être adaptée à son utilisation finale. Par exemple s'il  
n'est pas nécessaire de compléter le produit en soufre,  
on peut utiliser directement l'engrais obtenu par le procédé  
qui titre en général 1,5 à 3,5 en soufre. Des variations de  
15 formulation sont possibles, en tenant compte des particula-  
rités des matières premières disponibles, et en mettant en  
oeuvre les variantes ci-dessus mentionnées du procédé.

D'autres caractéristiques et avantages de la pré-  
sente invention ressortiront des exemples suivant donnés à  
20 titre uniquement illustratif de l'invention mais qui ne la  
limitent en aucune façon.

#### EXEMPLE 1

Préparation d'un mélange intermédiaire, dit BF1, destiné à  
être utilisé avec 100 kg de phosphate naturel de Kodjari  
25 (Burkina Faso) (Phosphate de concentration initiale à 24%  
P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, peu réactif, fortement chargé en Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) pour  
obtenir un engrais phosphaté selon la présente invention.

On fait réagir 20,21 kg d'acide sulfurique  
concentré avec 33,3 kg de phosphate mono-ammonique en pré-  
30 sence de 13,1 kg d'eau et éventuellement de traces d'agents  
tensio-actifs. On obtient un mélange présentant, un pourcen-  
tage de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> total de 27,80, pour une solubilité dans l'eau  
après une demi-heure de 13,8% et après deux heures de 41,1%,  
la solubilité dans l'acide formique du P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> total étant  
35 après une minute de 37,7%, après deux minutes de 40,3% et

après deux heures de 53,4%.

#### Exemple 2

Préparation d'un mélange dit BF2 destiné à être utilisé comme matière première pour 100 kg de phosphate naturel

5            On mélange 10,18 kg d'acide sulfurique concentré avec 16,6 kg de phosphate mono-ammonique en présence de 7,2 kg d'eau et éventuellement de traces d'agents tensio-actifs. On obtient un mélange présentant 26,40% de  $P_2O_5$  total pour une solubilité dans l'eau du  $P_2O_5$  total de 9,0% au bout  
10 d'une demi-heure et de 38,6% au bout de deux heures, pour une solubilité dans l'acide formique également du  $P_2O_5$  total de 35,8% au bout de 1 minute, de 37,8% au bout de 2 minutes et de 44,6% au bout de deux heures.

          En observant les résultats de ces deux exemples,  
15. on constate que la solubilité du BF1 n'est pas en rapport avec les quantités d'acide sulfurique et de phosphate mono-ammonique utilisées. En effet, au cours des deux premières minutes, cette solubilité dans l'acide formique est inférieure à celle devant provenir du phosphate mono-ammonique.  
20 Ce résultat est à rapprocher de la présence de sulfates de calcium et de phosphates de fer formés, qui représentent 16% du produit. Peu solubles, ils peuvent gêner la solubilisation du phosphore.

          Par contre pour le BF2, il y a un gain de solubilité dans l'acide formique par rapport à celle devant provenir du phosphate mono-ammonique. L'analyse du produit montre qu'il y a très peu de sulfates de calcium et pas du tout de phosphates de fer, ceux-ci ne représentant que 3% du produit. Ainsi une attaque modérée conserve le bénéfice des effets de l'acide sulfurique et du phosphate mono-ammonique,  
30 tout en évitant la production en trop grandes quantités de composés néo-formés gênants.

          Ces mélanges peuvent être utilisés pour la fabrication directe de phosphates partiellement solubilisés  
35 renfermant de l'azote et du soufre.



EXEMPLE 3Fabrication directe d'un phosphate partiellement solubilisé contenant de l'azote et du soufre

On part de 80,7 kg de phosphate naturel que l'on  
5 mélange à 13,6 kg de phosphate mono-ammonique en présence de  
8,6 kg d'acide sulfurique à 96%. On obtient un produit fini  
présentant 26,5% de  $P_2O_5$  total, 9,8% de  $P_2O_5$  soluble dans  
l'eau, 10,2% de  $P_2O_5$  soluble dans l'eau et le citrate  
d'ammonium, 1,5% d'azote 3,2% de soufre, 27,3% d'oxyde de  
10 calcium et 2,5% d'eau.

Ce produit de base renferme déjà un peu d'azote et  
de soufre et beaucoup de calcium. Il s'agit d'un phosphate  
partiellement solubilisé renfermant de l'azote et du soufre  
(NSPP), correspondant à la formule générale:

15  $1,5 N - 26,5 P_2O_5 - 3,2 S.$

EXEMPLE 4Essai en vase de végétation

L'essai a été conduit sur le sol ferrallitique de  
la station de Farako-Ba (Burkina Faso) dans des vases de 150  
20 g de terre, avec l'agrostis comme plante-test, l'essai ayant  
été répété 5 fois. Quatre traitements ont été mis à l'étude  
à savoir: un essai témoin sans phosphate, un essai au phos-  
phate naturel brut à la dose de 100 ppm de phosphore, un es-  
sai au phosphate partiellement solubilisé (NSPP), à la même  
25 dose et un essai au supertriple (TSP) également à la même  
dose. Les autres éléments N, K, S, Ca, Mg ont été apportés  
de façon uniforme sur tous les traitements. On a également  
mélangé 100 microcuries de phosphore 32 dans chaque vase  
pour mesurer le phosphore isotopiquement diluable (valeur  
30 L). Trois coupes ont été effectuées à la cinquième, neuvième  
et treizième semaine après le semis, soit au total 91 jours.  
Les résultats sont rassemblés dans le Tableau I ci-après,  
les coefficients étant calculés d'après la formule:

$$\frac{\text{phosphate - témoin}}{\text{supertriple (TSP) - témoin}} \times 100$$

5            En vase, le poids de matière sèche n'est qu'une indication et on constate que les phosphates marquent, surtout le NSPP et le TSP. On constate que le sol de Farako-Ba solubilise assez bien les phosphates bruts et partiellement solubilisés, les valeurs L dépassant les solubilités dans  
10 l'eau. Sur le plan de la nutrition phosphatée, on peut considérer que le phosphate brut est équivalent à 50% par rapport au TSP et le NSPP équivalent à 87%, ce qui est très intéressant.

          Les inventeurs avaient déjà constaté, lors de différents essais, que les produits issus d'une attaque mixte  
15 (acide phosphorique + acide sulfurique) avaient donné les meilleurs résultats sur le plan de la solubilité et du rendement agronomique, surtout en présence d'ions ammonium. La présente invention a résolu les différents problèmes posés  
20 par le prix, le transport et le stockage de l'acide phosphorique, en reconstituant de l'acide phosphorique à partir de phosphate mono-ammonique et di-ammonique, que l'on peut trouver à des prix particulièrement intéressants, ces produits solides pouvant être transportés facilement et à bas  
25 prix, par exemple, au moyen de péniches et de bateaux en vrac. Ainsi se trouve résolu le problème posé par la présence de phases gênantes, comme le sulfate de calcium plus ou moins hydraté, les phosphates de fer et d'aluminium, grâce au fait que le produit résultant de la réaction de l'acide  
30 sulfurique avec les phosphates mono- et di-ammonique, lorsqu'il est additionné au phosphate naturel, donne un produit final dont la disponibilité du phosphore est considérablement augmentée.

TABLEAU I

Essais en vases sur sol de Farako-Ba

Traitements	Matière sèche mg	Coefficient Agronomique %	Valeur L ppm P	Coefficient solubilisé %	Prélèvement de P ppm	Coefficient assimilabilité %
Témoin sans P	1321		13,4		4,0	
Phosphate brut	1600	72	52,2	41	15,8	50
NSPP	1785	121	71,4	62	24,6	87
TSP	1704	100	107,0	100	27,7	100

2620118

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'engrais phosphatés, caractérisé en ce qu'on fait réagir un composé ammoniophosphaté avec de l'acide sulfurique en présence d'eau, obtenant ainsi un mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique, qu'on fait réagir dans un deuxième stade avec du phosphate .

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, dans le premier stade, on utilise un composé ammonio- phosphaté comprenant un phosphate mono-ammonique ( $P/N=1$ ), un phosphate di-ammonique ( $P/N=2$ ) ou des mélanges de ces phosphates correspondant à des rapports  $P/N$  quelconques compris entre 1 et 2.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que, dans le premier stade de la réaction, on utilise directement de l'acide sulfurique concentré.

4. Procédé de fabrication d'engrais phosphatés, caractérisé en ce qu'on fait réagir un composé ammoniophosphaté avec un mélange d'un sulfate minéral et d'un acide donnant naissance à l'acide sulfurique , en présence d'eau, obtenant ainsi un mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique, qu'on fait réagir dans un deuxième stade avec du phosphate.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, dans le premier stade, les produits de réaction conduisant au mélange de sulfate d'ammonium et d'acide phosphorique sont mis en oeuvre en proportions voisines des proportions stoechiométriques calculées soit à partir de la teneur en azote soit à partir de la teneur en  $P_2O_5$ .

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 , caractérisé en ce que, en vue d'obtenir un engrais enrichi en soufre, on ajoute au réactif d'attaque de la première étape, du soufre finement broyé ou du soufre fondu, l'ensemble étant brassé énergiquement avant sa réaction avec le phosphate.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que, dans le deuxième stade, on met en oeuvre du phosphate naturel, y compris des phosphates réputés inutilisables pour la fabrication des engrais.

8. Engrais obtenus par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, consistant en des phosphates partiellement solubilisés, renfermant de l'azote et du soufre .

9. Engrais selon la revendication 8, correspondant à la formule générale :

$$\begin{aligned} 0,5 &< N < 2,5 \\ 20 &< P_2O_5 < 36 \\ 1,5 &< S < 6. \end{aligned}$$

N° 87 12258

# AVIS DOCUMENTAIRE

(art. 19 de la loi n°68-1 modifiée du 2 janvier 1968 ; art. 40 à 53 du décret n°79-822 du 19 septembre 1979)

N°

Etabli par :

M. SORT

Ingénieur examinateur à  
l'Institut national de la propriété industrielle  
(Division Technique des Brevets)

## OBJET DE L'AVIS DOCUMENTAIRE

■ Conférant à son titulaire le droit exclusif d'exploiter l'invention, le brevet constitue pour les tiers, une **importante exception à la liberté d'entreprendre**.

C'est la raison pour laquelle la loi prévoit qu'un brevet n'est valable que si, entre autres conditions, l'invention :

- est "nouvelle", c'est-à-dire n'a pas été rendue publique en quelque lieu que ce soit, avant sa date de dépôt,
- implique une "activité inventive", c'est-à-dire dépasse le cadre de ce qui aurait été évident pour un homme du métier.

■ L'Institut n'est pas habilité, sauf absence manifeste de nouveauté, à refuser un brevet pour une invention ne répondant pas aux conditions ci-dessus.

C'est aux tribunaux qu'il appartient d'en prononcer la nullité à la demande de toute personne intéressée, par exemple à l'occasion d'une action en contrefaçon.

L'Institut est toutefois chargé d'annexer à chaque brevet un "AVIS DOCUMENTAIRE" **destiné à éclairer le public et les tribunaux** sur les antériorités susceptibles de s'opposer à la validité du brevet.

## CONDITIONS D'ETABLISSEMENT DU PRESENT AVIS

■ Il a été **établi sur la base des "revendications"** dont la fonction est de définir les points sur lesquels l'inventeur estime avoir fait œuvre inventive et entend en conséquence être protégé.

■ Il a été établi à l'issue d'une **procédure contradictoire** (1) au cours de laquelle :

- ☒ le résultat d'une recherche d'antériorités effectuée parmi les brevets et autres publications a été notifié au demandeur et rendu public.
- ☐ les tiers ont présenté des observations visant à compléter le résultat de la recherche
- ☒ le demandeur a modifié les revendications pour tenir compte du résultat de cette recherche
- ☐ le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- ☒ le demandeur a présenté des observations pour justifier sa position.

## EXAMEN DES ANTERIORITES

- ☐ Cet examen n'a pas été nécessaire, car aucun brevet ou autre publication **n'a été relevé** en cours de procédure.
- ☐ Les brevets et autres publications (1), ci-après, cités en cours de procédure, **n'ont pas été examinés** car pour être efficace, cet examen suppose au préalable une vérification des priorités (2) :
- ☒ Les brevets et autres publications (1) ci-après, cités en cours de procédure, **n'ont pas été retenus** comme antériorités :

DE-C- 545 584 GB-A- 791 004 US-A-2 700 605

CHEM. ABS., vol.79, no.1, 9 juillet 1973, page 380, no.4335s.

DE-B-1 131 241 DE-A-1 900 184

## CONCLUSION : EN L'ETAT, AUCUNE ANTERIORITE N'A ETE RETENUE

(1) - Les pièces du dossier, ainsi que les brevets et autres publications cités, peuvent être consultés à l'INPI ou délivrés en copie.

(2) - Tout renseignement peut être obtenu de l'INPI : demander l'aide-mémoire "Intercalaires et Interférences".